

?fam jp03231993/pn

1/1 PLUSPAT - (C) QUESTEL-ORBIT- image

CPIM (C) JPO

PN - JP3231993 A 19911015 [JP03231993]

JP7047753 B 19950524 [JP95047753]

JP2026250 C 19960226 [JP2026250]

TI - (A) PRODUCTION OF LOW-NOISE UREA GREASE COMPOSITION

PA - (A) NIPPON KOYU KK

PAO - (A) NIPPON KOUYU:KK

IN - (A) TAKEMURA KUNIO; SAITO TAKASHI

AP - 1990JP-0027221 19900208

PR - 1990JP-0027221 19900208

IC - (A) C10M-115/08 C10N-030:02 C10N-040:02 C10N-050:10 C10N-070:00

AB - (JP03231993)

PURPOSE: To obtain the subject composition having improved heat-resistance and durability by heating a mixture of a specific urea compound and a base oil to completely dissolve the components and cooling the mixture at a definite rate of cooling.

- CONSTITUTION: The objective composition can be produced by mixing (A) 2-30wt.% of a urea compound of formula $R(\text{sub } 1)$ and $R(\text{sub } 3)$ are 8-18C saturated alkyl; $R(\text{sub } 2)$ is tolylene, diphenylmethane or dimethyl-biphenylene) and (B) 98-70wt.% of a base oil comprising a mineral oil, a silicone oil, a phosphate oil, etc., heating the mixture at 170-230 deg.C to completely dissolve the urea compound into the base oil and cooling the mixture at a cooling rate of ≥ 5 deg.C/sec (preferably ≥ 10 deg.C/sec).

- COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A)

平3-231993

⑤Int.Cl.⁵ 識別記号 庁内整理番号 ④公開 平成3年(1991)10月15日
 C 10 M 115/08 8217-4H
 // C 10 N 30:00 Z 8217-4H
 50:10
 70:00

審査請求 有 請求項の数 2 (全 11 頁)

⑥発明の名称 低騒音ウレアグリース組成物の製法

⑦特 願 平2-27221

⑧出 願 平2(1990)2月8日

⑨発明者 竹村 邦夫 東京都大田区西六郷3丁目22番5号 株式会社日本砥油内
 ⑩発明者 斉藤 隆 東京都大田区西六郷3丁目22番5号 株式会社日本砥油内
 ⑪出願人 株式会社日本砥油 東京都大田区西六郷3丁目22番5号
 ⑫代理人 弁理士 小田 治親

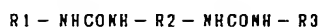
明 細 書

1. 発明の名称

低騒音ウレアグリース組成物の製法

2. 特許請求の範囲

(1) 一般式



[式中、R1およびR3は炭素数8～18の飽和アルキル基を、R2はトリレン基、ジフェニルメタン基またはジメチルビフェニレン基を表わす。]

で示されるウレア化合物2～30重量%と基油98～70重量%からなる混合物を170～230℃に加熱しウレア化合物を基油中に完全に溶解させる第1工程と、第1工程の後、毎秒5℃以上の速度で冷却する第2工程とからなることを特徴とする低騒音ウレアグリース組成物の製法。

(2) 特許請求の範囲第1項記載の製法により得られたグリース組成物を、2種類以上混合することにより、高温においても安定なグリース組成物を得ることを特徴とする低騒音ウレアグリース組成物の製法。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、低騒音を要求される軸受に用いられるウレアグリース組成物の製法に関するものである。

[従来技術とその問題点]

近年の技術発展とユーザーの高級志向から家庭電気製品、OA機器、さらには自動車部品などにおいては、その本来的な機能向上とともに耳障りな騒音の低減が課題となっている。

この様な機器類の騒音の発生源の1つとして、モーターなど回転装置の回転軸を支えている軸受が挙げられる。この軸受から発生する音は、他の部分から発生する音と一緒にして機器全体の騒音レベルを押し上げる事になる。この軸受騒音の原因としては、軸受の加工組立精度、取り付け精度の問題、潤滑剤として使用するグリース中の異物や増稠剤粒子の影響が挙げられるが、近年、問題となっているのは潤滑グリースに起因する騒音である。すなわち、軸受の転動体と転走面の間の

微小すき間に侵入した潤滑グリース中の異物や増稠剤粒子がくだけたり、つぶれたりする時に軸受を振動させ、それが軸受の騒音として現われる。

低騒音を要求される軸受には、異物混入防止のため厳密に管理された製造工程により製造されるリチウム石鹼グリースが広く用いられているが、近年の使用条件の過酷化により高温でも長期間安定な性能を発揮するグリースが求められるようになってきた。

この様な要求に対して、リチウム石鹼グリースに比べて高温でも安定なゲル構造を有するウレアグリースを用いようという試みがなされているが、ウレアグリースはその増稠剤粒子の性質上、軸受騒音を発生させやすく、低騒音を要求される軸受にはほとんど普及していない。

本発明者らは、まずウレアグリースによる軸受騒音発生の原因を究明するため市販ウレアグリースに関して分析した結果、グリース中のウレア化合物の単位粒子（または単位繊維、以下同）の長

径（または繊維長さ）は、大きくても 10μ 程度でほとんどが 5μ 以下であるにもかかわらず、その単位粒子が集まった $20\sim 200\mu$ 程度の凝集体が多数存在し、この凝集体が軸受騒音の原因である事を突きとめた。

また、下記に示すアミン類、ジイソシアネート類、基油各々の組合せについて、アミンとジイソシアネートの反応により生成するウレア化合物と基油の重量比が10対90になるような配合を作成し、アミンの基油溶液とジイソシアネートの基油溶液を混合して反応させ、 170°C まで加熱攪拌処理を行ない、室温まで放冷後、三木ロールミルで仕上げ処理するという一般的な製法により試作して分析を行なった結果、全ての試作グリースにおいて $20\sim 200\mu$ 程度の凝集体が多数存在する事を確認した。

アミン類

n-プロピルアミン、イソプロピルアミン
n-ブチルアミン、イソブチルアミン
s-ブチルアミン、n-ペンチルアミン

3

3-メチルブチルアミン、n-ヘプチルアミン
n-オクチルアミン、n-テトラデシルアミン
n-ドデシルアミン、2-エチルヘキシルアミン
n-ヘキサデシルアミン、n-オクタデシルアミン
アニリン、4-ビフェニルアミン
p-フェネチジン、p-アニシジン
p-ドデシルアニリン、シクロペンチルアミン
シクロヘキシルアミン、
ジヒドロアビエチルアミン、
3,5,5-トリメチルヘキシルアミン

ジイソシアネート類

1,5-ナフチレンジイソシアネート
4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート
2,4'-トリレンジイソシアネート
3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネート
ヘキサメチレンジイソシアネート

基油

α -オレフィンオリゴマー（ 40°C 動粘度 30cSt ）
パラフィン系鉱油（ 40°C 動粘度 67cSt ）

5

4

ジメチルシリコーン（ 25°C 動粘度 200cSt ）
ペンタエリスリトールテトラエステル
（ 40°C 動粘度 31cSt ）

さらに、n-オクチルアミンと4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネートをパラフィン系鉱油（ 40°C 動粘度 67cSt ）中で反応させたグリース、シクロヘキシルアミンと4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネートをペンタエリスリトールテトラエステル（ 40°C 動粘度 31cSt ）中で反応させたグリース2種類について製造工程における凝集体の変化を調べた結果、2種類共に反応時点ですでに凝集体が存在しており、工程の移行に伴って多少の増減はあるものの消失しない事を確認した。工程中でこの凝集体を減らす効果があったのは3木ロールミルで、20回通過させると約50%程度減る事がわかった。さらに100回通過させても若干の減少は認められるが完全に消失するわけではなく、また、この様な方法は過大な時間と労力を要し、実用には供し難い。他の仕上げ処理方法としてホモジナイザー処理、ボールミル処理、コロイ

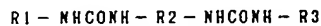
6

ドミル処理を試みたが、顕著な効果は得られなかった。

〔問題を解決するための手段〕

以上の様に、機械的処理では限界があることから種々の方法を考案し、試みた結果、融点230℃以下のウレア化合物と基油からなる混合物を加熱してウレア化合物を基油に溶解させ、次いでこの溶液を毎秒5℃以上の速度で冷却する事により、20 μ m以上の凝集体をなくす事に成功した。この方法により、粒子径(または繊維長さ)5 μ m以下の微細ウレア化合物結晶の均一な分散系が得られ、市販リチウム石鹸グリースに優る低騒音性能を有する事が明かになった。

本発明に使用するウレア化合物は次の一般式で示される。



〔式中、R1およびR3は炭素数8～18の飽和アルキル基を、R2はトリレン基、ジフェニルメタン基またはジメチルピフェニレン基を表わす。〕

この式でR1およびR3の炭素数が7以下のウレア

化合物並びに、R1およびR3にフェニル基、シクロアルキル基を含むウレア化合物は、融点が230℃を超え、基油の引火点以上に加熱しなければならない場合もあり危険であるため、また、融点以上に加熱しても基油に溶解しない場合もあるため本発明には適さない。すなわち本発明に使用する上記構造のウレア化合物の融点は230℃以下である。またR1およびR3の炭素数が18を超える化合物は、原料となる長鎖のモノアミンを経済的価格で入手する事が難しいので実用には適さない。R2は原料であるジイソシアネートの炭化水素部分であり、本発明に用いる事ができるジイソシアネートは次の4種類である。

2,4-トリレンジイソシアネート

2,6-トリレンジイソシアネート

4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート

3,3'-ジメチル-4,4'-ジフェニレンジイソシアネート

本発明のウレアグリース組成物において、増稠剤であるジウレア化合物の含有量は2～30重量

%、好ましくは5～25重量%である。ジウレア化合物の含有量が2重量%未満の場合には、増稠効果が少なくグリース状にはならず、また、30重量%を超えるとグリースは硬くなりすぎて十分な潤滑効果が得られない。

本発明に用いる基油は一般に知られている潤滑油であり、鉱油、 α -オレフィンオリゴマー、シリコン油、ジエステル油、トリエステル油、テトラエステル油、フッ素油、リン酸エステル油、ヒマシ油、フェニルエーテル油、アルキルナフタレン、アルキレングリコール等である。

本発明のウレアグリースには、その目的とする性質を損ねることなしに、さらにその性能を向上させるため本来の成分とは別に、酸化防止剤、防錆剤、極圧剤など各種添加剤を加える事ができる。

また、本発明において、ウレア化合物と基油よりなる溶液を冷却する速度は、毎秒5℃以上、好ましくは毎秒10℃以上である。毎秒5℃以上であれば、途中で冷却速度が変化しても差し支えな

い。毎秒5℃未満の速度で冷却した場合には、20 μ m以上の凝集体ができやすく本発明には適さない。

本発明に用いる冷却装置は、所望の冷却速度が得られる装置であれば特に限定されない。例えば下から水道水をスプレーして冷却しているステンレス板上に溶液を連続的に流し込むなどの方法により所望の冷却速度が得られる。

本発明の製法は、高温で基油中にばらばらに分散したウレア化合物の分子を急速に冷却して結晶化する温度を素早く通過させる事により、ウレアグリース特有の結晶同士の凝集を防ぐものである。溶液をゆっくり冷却した場合には、ウレア化合物が結晶化する温度付近で、結晶化したウレア化合物と基油に溶解したウレア化合物が混在する状態となり、後者が先に結晶化したウレア化合物にからまる形で結晶化しやすいため巨大な凝集体が生成すると考えられ、グリース全体を急速に均一に冷却する事によりこれを防ぐ事ができる。

本発明の第2の製法は、低融点ウレア化合物と

基油より成る混合物を溶解急冷して得られる低騒音ウレアグリースを高温でも安定なゲル構造を保つグリースにする事にある。低融点ウレア化合物を増潤剤としたグリースは当然ながら滴点試験(JIS K 2220 5.4)では230℃以下で滴下してしまう。また、少しずつ温度を上げていくと160℃以上ではほとんど液状になってしまい、現実的には150℃以下の温度でしか使用できない。本発明者らは、この点を改良する目的で研究を重ねた結果、本発明の第1の製法により得られたグリース組成物を、2種類以上混合することによって、滴点が高くなる事を見だし、目的とする150℃以上の高温で使用しても安定なゲル構造を有する低騒音ウレアグリースを完成するに至った。

すなわち、融点が230℃以下の低融点ウレア化合物と基油より成る組成物を溶解急冷して得られる低騒音ウレアグリースのうち、ウレア化合物の異なるもの2種類以上を任意の割合で混合する事により、滴点が高く高温でも安定なゲル構造を有する低騒音ウレアグリースが得られる。グリース

の混合比としては、混合された2種類のグリースの増潤剤の重量比が1対99になるような混合比でも滴点の上昇は認められるが、250℃以上の滴点を有するグリースを得るには、異なる増潤剤の重量比が5～95対95～5になるような混合比が望ましい。このように混合する事によって滴点が高くなる理由は、各々のウレア化合物が相互にゲル構造を補強し合うためと考えられるが、理論的解明をするまでには至っていない。

[実施例]

本発明を以下の実施例、比較例により具体的に説明する。ここで実施例、比較例に用いる略語、用語、試験方法は以下の通りである。

① TDI

2,4-トリレンジイソシアネート

② MDI

4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート

③ TODI

3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネート

11

④ 鉱油

パラフィン系精製鉱油 40℃動粘度67cSt

⑤ エステル

ペンタエリスリトールテトラエステル

40℃動粘度31cSt

⑥ 溶液温度

ウレア化合物が基油に完全に溶解している溶液を冷却工程に移す時の温度

⑦ 平均冷却温度

冷却工程において溶液を室温付近まで冷却する速度の平均値。例えば200℃から20℃まで5秒間で冷却するとすると平均冷却速度は36℃/secとなる。

⑧ 稠度

JIS K 2220 5.3による。

⑨ 滴点

JIS K 2220 5.4による。

⑩ 凝集体の個数

きょう雑物試験(JIS K 2220 5.8)を応用し、スライドガラスにグリースを塗布し、カバーガ

ラスをかぶせてグリース膜厚を30μmにし、光学顕微鏡(倍率100倍)で観察し、0.46mm×0.64mmの枠内にある20μm以上の大きさの凝集体を数える。

⑪ アンデロン値

アンデロンメーターはころがり軸受の振動測定器として広く使用されており、軸受の内輪を回転させ、スラスト荷重を負荷した外輪の振動をアンデロンという単位で指示する装置である。本発明ではベアリング6200、グリース充てん量0.30g、ベアリング内輪回転数1800r.p.m、スラスト荷重2.0kgという試験条件で1分間ベアリングを回転させ、1分後のHigh Band(1800~10000Hz)における指示値をアンデロン値として読み取る。

以下の製造方法により実施例1~11のグリースを得た。基油分量にイソシアネートを加熱溶解した溶液と残りの基油にアミンを加熱溶解した溶液を70~100℃の温度で混合して反応させ、攪拌しながら加熱を行ない均一な溶液となった時点で下

12

から水道水をスプレーし続けているステンレス製容器に流しこんで冷却し、室温付近まで冷えてから3本ロールミルを2回通過させた。冷却時の温度変化はステンレス製容器内に熱電対を取りつけ、記録計に接続して測定し、平均冷却速度はこの温度変化記録から算出した。実施例1~11のグリースは滴点は市販リチウム石鹼グリース並みであるが、 $20\mu\text{m}$ 以上の凝集体が全く存在せずアンデロン値は11.0~14.0であり、比較例8~11に示す市販ウレグリース、市販低騒音リチウム石鹼グリースより優れた低騒音性能を有していることが明かである。

実施例12,13は実施例7と同一配合で製造し平均冷却速度を変えたものである。実施例12は平均冷却速度 $13^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ 、実施例13は平均冷却速度 $153^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ であり、平均冷却速度 $54^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ の実施例7と比較してほぼ同程度の低騒音性能を有している。従ってこの範囲で平均冷却速度を変えても低騒音性能には影響がないことがわかる。

実施例14は実施例1と実施例4を増潤剤の重量

比が99:1になるように混合して3本ロールミルを2回通過させて得たグリースである。このグリースは滴点 230°C 、 $20\mu\text{m}$ 以上の凝集体の個数0、アンデロン値12.5であった。

実施例15は実施例1と実施例4を増潤剤の重量比が95:5になるように混合し3本ロールミルを2回通過させて得たグリースである。このグリースは滴点 254°C 、 $20\mu\text{m}$ 以上の凝集体の個数0、アンデロン値12.5であった。

実施例16は実施例1と実施例4を増潤剤の重量比が85:35になるように混合し3本ロールミルを2回通過させて得たグリースである。このグリースは滴点 272°C 、 $20\mu\text{m}$ 以上の凝集体の個数0、アンデロン値12.5であった。

実施例17は実施例1と実施例4と実施例2を増潤剤の重量比が37.7:28.3:34.0になるように混合し3本ロールミルを2回通過させて得たグリースである。このグリースは滴点 281°C 、 $20\mu\text{m}$ 以上の凝集体の個数0、アンデロン値12.5であった。

15

実施例15,16,17は高滴点であるためリチウム石鹼グリースでは使用できない 150°C 以上の温度でも使用でき、かつ市販ウレグリース、市販低騒音リチウム石鹼グリースに優る低騒音性能を有する極めて有用なグリースである。

比較例1,2はそれぞれn-ブチルアミン、n-ヘプチルアミンを用いているため、ジイソシアネートとの反応により生成したウレア化合物のR1, R3の炭素数が7以下である。実施例1~11と同じ製造方法により得られたこのグリースはどちらも 230°C では増潤剤が基油に溶解しないため $5^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ 以上の速度で急冷しても $20\mu\text{m}$ 以上の凝集体が存在しアンデロン値はそれぞれ38.0、27.0と大きな値である。

比較例3,4はそれぞれシクロヘキシルアミン、p-フェネチジンをを用いているため、ジイソシアネートとの反応により生成したウレア化合物のR1, R3にシクロアルキル基、またはフェニル基を含有している。実施例1~11と同じ製造方法により得られたこのグリースはどちらも 230°C では増

16

潤剤が基油に溶解しないため、 $5^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ 以上の速度で急冷しても $20\mu\text{m}$ 以上の凝集体が存在し、アンデロン値はそれぞれ28.0、46.0と大きな値である。

比較例5は実施例2と同一配合で反応させた後、加熱攪拌を 170°C で止め、 $56^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ の速度で冷却後、3本ロールミルを2回通過させるという製造方法により得られたグリースである。このグリースはウレア化合物を基油に完全には溶解しなかったため、 $20\mu\text{m}$ 以上の凝集体が存在し、アンデロン値も33.0と大きな値である。

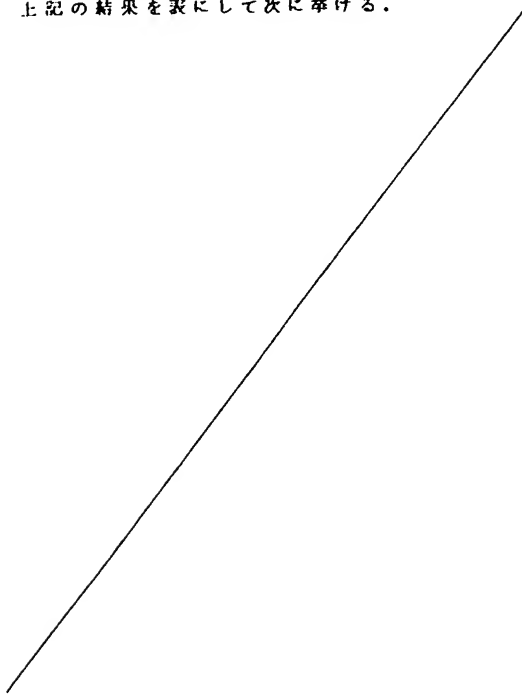
比較例6,7は実施例2と同一配合で反応させ、加熱攪拌を行ない、 223°C でウレア化合物を基油に完全に溶解させた後、それぞれ平均冷却速度 $2.4^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ 、 $4.1^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ で冷却し、3本ロールミルを2回通過させるという製造方法により得られたグリースである。このグリースは平均冷却速度が $5^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ 未満であるため、 $20\mu\text{m}$ 以上の凝集体が存在し、アンデロン値は、どちらも24.0と大きい。

17

18

比較例 8、9 は市販ウレアグリース、比較例
10、11 は市販低騒音リチウム石鹼グリースであ
る。

上記の結果を表にして次に挙げる。



	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7
アミン [重量%]	オクチルアミン 4.83	ドデシルアミン 6.88	テトラデシルアミン 7.29	オクタデシルアミン 6.81	3,5,5-トリメチル ヘキシルアミン 6.24	ドデシルアミン 7.16	オクタデシルアミン 8.14
インシニアート [重量%]	T001 5.17	同左 5.12	同左 4.71	同左 3.39	同左 5.76	MDI 4.84	同左 3.86
基油 [重量%]	鉱油 90.0	同左 88.0	同左 88.0	同左 90.0	同左 88.0	同左 88.0	同左 88.0
希液温度	228℃	223℃	220℃	198℃	227℃	226℃	203℃
平均冷却速度	94℃/sec	64℃/sec	61℃/sec	53℃/sec	79℃/sec	62℃/sec	54℃/sec
凝固点	215	210	235	240	238	244	238
滴点	223℃	220℃	209℃	182℃	217℃	221℃	186℃
20μm以上の凝集体個数 (0.46mm×0.8mm×30μmあたり)	0	0	0	0	0	0	0
アインデロ値	12.5	12.5	11.0	12.5	14.0	12.0	11.0

	実施例 8	実施例 9	実施例 10	実施例 11	実施例 12	実施例 13
アミン [重量%]	ドデシルアミン 10.21	同左 6.88	同左 7.16	同左 10.21	オクタデシルアミン 8.14	同左 8.14
イソシアネート [重量%]	TDI 4.79	TDI 5.12	MDI 4.84	TDI 4.79	MDI 3.86	同左 3.86
炭油 [重量%]	鉱油 85.0	エステル 88.0	同左 88.0	同左 88.0	鉱油 88.0	同左 88.0
溶 液 温 度	225 °C	223°C	225 °C	225 °C	203 °C	203 °C
平 均 冷 却 速 度	80°C/sec	64°C/sec	62°C/sec	80°C/sec	13°C/sec	153°C/sec
稠 度	245	237	250	261	268	214
滴 点	210 °C	214°C	220 °C	207 °C	186 °C	186°C
20 μm 以上の凝集体個数 (0.46mm×0.64mm×30 μm あたり)	0	0	0	0	0	0
ア ン デ ロ ン 値	10.5	13.0	12.5	13.0	11.5	11.5

21

	実施例 14		実施例 15		実施例 16	
アミン [重量%]	オクチルアミン 4.83	オクタデシルアミン 6.61	オクチルアミン 4.83	オクタデシルアミン 6.61	オクチルアミン 4.83	オクタデシルアミン 6.61
イソシアネート [重量%]	TDI 5.17	TDI 3.39	TDI 5.17	TDI 3.39	TDI 5.17	TDI 3.39
炭油 [重量%]	鉱油 90.0	鉱油 90.0	鉱油 90.0	鉱油 90.0	鉱油 90.0	鉱油 90.0
溶 液 温 度	228 °C	198°C	228 °C	198 °C	228 °C	198 °C
平 均 冷 却 速 度	94°C/sec	53°C/sec	94°C/sec	53°C/sec	94°C/sec	53°C/sec
グ リ ー ス 混 合 比	99 : 1		95 : 5		65 : 35	
増 稠 剤 重 量 比	99 : 1		95 : 5		65 : 35	
稠 度	217		220		228	
滴 点	230°C		254°C		272°C	
20 μm 以上の凝集体個数 (0.46mm×0.64mm×30 μm あたり)	0		0		0	
ア ン デ ロ ン 値	12.5		12.5		12.5	

22

	実 施 例 17		
アミン [重量%]	オクチルアミン 4.83	オクタデシルアミン 6.61	ドデシルアミン 6.68
イソシアネート [重量%]	TDI 5.17	TDI 3.39	TDI 5.12
基 油 [重量%]	鉱 油 90.0	鉱 油 90.0	鉱 油 88.0
溶 液 温 度	228 °C	198°C	223 °C
平 均 冷 却 速 度	94°C/sec	53°C/sec	64°C/sec
グ リ ー ス 混 合 比	40	:	30 : 30
増 稠 剤 重 量 比	37.7	:	28.3 : 34.0
稠 度	223		
滴 点	281°C		
20 μm 以上の凝集体個数 (0.46mm×0.64mm×30 μm あたり)	0		
ア ン デ ロ ン 値	12.5		

	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6	比較例 7
アミン [重量%]	n-ブチルアミン 3.56	n-ヘプタールアミン 4.65	シクロヘキシルアミン 6.39	p-フェネチジン 7.64	ドデシルアミン 6.88	同左 同左	同左 同左
インシアンネート [重量%]	T001 6.44	同左 5.35	同左 8.61	同左 7.36	同左 5.12	同左 同左	同左 同左
蒸油 [重量%]	鉱油 90.0	同左 90.0	同左 85.0	同左 85.0	同左 88.0	同左 88.0	同左 88.0
溶液温度	230℃溶解せず	同左	同左	同左	170℃溶解せず	223℃	同左
平均冷却速度	82℃/sec	同左	同左	同左	56℃/sec	2.4℃/sec	4.1℃/sec
調度	273	288	283	275	302	283	280
滴点	275℃	271℃	285℃	288℃	220℃	220℃	220℃
20μm 以上の凝集体個数 (0.46mm×0.64mm×30μm あたり)	14	9	10	18	12	7	5
フィードロ値	38.0	27.0	26.0	46.0	33.0	24.0	24.0

	比較例 8	比較例 9	比較例 10	比較例 11
	市販ウレアグリース	市販ウレアグリース	市販低騒音リチウム 石鹼グリース	市販低騒音リチウム 石鹼グリース
稠 度	267	271	235	268
滴 点	285℃	280℃	192℃	194℃
20 μm 以上の凝集体個数 (0.46mm \times 0.64mm \times 30 μm あたり)	17	12	0	4
ア ン デ ロ ン 値	39.0	35.0	18.0	21.0

25

〔発明の効果〕

本発明に係る低騒音ウレアグリース組成物の製法により、ウレアグリースの特徴である高温安定性を損なう事なく、その増稠剤であるジウレア化合物粒子の20 μm 以上の凝集体が存在せず、粒子長径（または繊維長さ）5 μm 以下の微細なジウレア化合物結晶が均一に分散したウレアグリース組成物を得ることに成功した。

得られた低騒音ウレアグリース組成物は、市販低騒音リチウム石鹼グリースに優る低騒音性能および高温安定性を有する事が確認された。

すなわち、本発明に係る低騒音ウレアグリース組成物の製法は、従来の低騒音リチウム石鹼グリースより耐熱性、耐久性の優れた低騒音ウレアグリースを提供できるという効果を有する。

代理人 弁理士 小 田 治 親